PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

09-232079

(43)Date of publication of application: 05.09.1997

(51)Int.CI.

H05B 33/26 H01B 1/16

110

(21)Application number: 08-036236

(71)Applicant: IDEMITSU KOSAN CO LTD

(22)Date of filing:

23.02.1996

(72)Inventor: SHOJI HIROSHI

NAKAMURA HIROAKI HOSOKAWA CHISHIO

(54) ORGANIC EL ELEMENT

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide an organic EL(electroluminescence) element which has high electric power converting efficiency and is excellent in uniform light emitting performance and has a long element sevice life. SOLUTION: In this organic EL element, a positive electrode, an organic substance layer of a single layer structure or a multilayer structure having a light emitting layer containing an organic light emitting material and a negative lectrode are laminated in order on a base board. The negative electrode is formed by successively arranging two areas of an alloy area which contains alkaline metal or alkaline earth metal having a work function not more than 2.9eV by 0.5 to 5at% in the total amount of the alkaline metal and the alkaline earth metal and has a thickness of 5 to 50nm and an upper metallic area composed of metal having a work function not less than 3.0eV in this order when viewed from the organic substance layer side. The oxygen existent concentration in the negative electrode is set not more than 1at%.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

29.07.2002

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of r jection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

公報(A) 那特群 **₹**

特開平9-232079

(11) 徐幹出版公開44号

(43)公開日 平成9年(1997)9月5日

H05B 33/28 1/16 H01B **广内整理器**导 中四百五 H01B 1/16 H05B 33/28

51) Int.Q.

女板表示植所

警查開款 未開款 開款項の数8 OL (全16 頁)

(21) 出版番号	特置平8 —36238	(71) 出盟人 000183646	000183646	
			出光興酸株式会社	
(22)出版日	平成8年(1996)2月23日		東京都千代田区九の内3丁目1番1号	第1号
		(72)発明者	東海林 吳	
			千葉県袖ケ浦市上県1280番地 出	田光興魔株
			式会社内	
		(72)発明者	中村、衛昭	
			千葉県袖ケ浦市上泉1280番地 出光與菌株	H光翼菌株
			式会社内	
		(72) 発明者	差型 三星	
			千葉原袖ケ楠市上泉1280番地 出光質盛株	出光質菌株
			式会社内	
		(74) 代理人	弁理士 中村 静男 (外2名)	
-			•	

(54) [発明の名 】 有機民工業子

(57) [要約] ノー要行の名別なと、OKです。

【課題】 有機EL茶子については、電力変換効率が高 く、均一発光性に優れ、かつ、紫子寿命の長い紫子の開 発が盆まれている。

に順次設けることによって形成し、かつ、当散路極にお が基板上に順次積層されている有機EL紫子の前記路極 を、アルカリ金属または仕事関数2.9eV以下のアル の秘量で 0. 5~5at%合有する厚さ5~5 0 nmの合 金領域と仕事閲数3.0 e V以上の金属からなる上部金 **隣領域との2つの領域を前配有機物層側からみてこの順** 【解決手段】 陽極と、有機発光材料を含有する発光層 を備えた単層構造または多層構造の有機物層と、陰極と カリ土類金属を散アルカリ金属と散アルカリ土類金属と ける酸紫の存在濃度を1at%以下にする。

リチウム (Li) である、欝水項1に記載の有機EL葉 **と備えた単層構造または多層構造の有機物層と、陰極と** 前配路極は、アルカリ金属または仕事関数2.9eV以 n mの合金領域と仕事関数3.0 e V以上の金属からな 【群水項1】 陽極と、有機発光材料を含有する発光層 下のアルカリ土類金属を散アルカリ金属と散アルカリ土 関金属との総量で0、5~5at%含有する厚さ5~50 る上部金属領域との2つの領域が、前記有機物層側から 2. 9 e V 以下のアルカリ土類金属とのうちでアルカリ 金属のみを含有する合金からなり、前記アルカリ金屬が が基板上に順次積層されている有機EL紫子において、 みて鬩次形成されてなり、散踏極における酸紫の存在湯 度が1at%以下であることを特徴とする有機EL繋子。 【醇水項2】 合金領域が、アルカリ金属と仕事関数

2. 9eV以下のアルカリ土類金属とのうちで仕事関数 2. 9eV以下のアルカリ土類金属のみを含有する合金 からなり、前記アルカリ土類金属がカルシウム(Ca) 【請求項3】 合金領域が、アルカリ金属と仕事関数 である、醋水項1に記載の有機EL素子。

2. 9eV以下のアルカリ土類金属とのうちで仕事関数 2.9eV以下のアルカリ土類金属のみを含有する合金 からなり、前記アルカリ土類金属がストロンチウム(S 【請求項4】 合金領域が、アルカリ金属と仕事関数 r) である、請求項1に記載の有機Eし素子。

【請求項5】 上部金属領域を形成している金属が、ア n), 銀(Ag), 銅(Cn), 亜鉛(Zn), 鉛(P b) および錫 (Sn) からなる群より選ばれた1種の単 体金属または前記群より選ばれた2種以上の金属同士の 混合物からなる、請求項1~請求項4のいずれか1項に ルミニウム(A 1),マグネシウム(M g),金(A 記載の有機EL素子。

【請求項6】 合金領域が、四重極質量分析計でガス成 分の分圧を測定したときに酸素ガスの分圧が水ガスの分 5、醑水頃1~醇水頃5のいずれか1項に記載の有機圧 圧の5%以下である真空環境下で形成されたものであ

「酵水項7】 合金領域が、四重極質量分析計でガス成 分の分圧を測定したときに水紫ガスの分圧が水ガスの分 圧よりも大きい遠元性雰囲気の真空環境下で形成された ものである、請求項1~請求項6のいずれか1項に配載 の有機EL索子。 【請求項8】 合金領域が、クライオポンプまたはトラ ップ機構を備えた製膜装置によって形成されたものであ る、臍水項1~請水項7のいずれか1項に記載の有機E

[発明の詳細な説明]

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は有機エレクトロルミ

成した有機EL寮子が開示されている。

ネッセンス(以下、「エレクトロルミネッセンス」を 「EI」と略記する。)繋子に関する。

特許請求の範囲】

[0002]

順に正孔注入層一発光層、発光層一電子注入層または正 【従来の技術および発明の目的】有機EL素子は、陽極 と、有機発光材料を含有する発光層を備えた単層構造ま たは多層構造の有機物層と、陰極とが順次積層された構 造をなしている。前記の有機物膳が単層構造である場合 には、当該有機物層は発光層からなり、前記の有機物層 が多層構造である場合には、当敗有機物層は陽極側から 孔注入層-発光層-電子注入層等の層構成をなしてい

は、陽極から直接または正孔注入層を介して発光層に注 発光層に注入された電子とが再結合することによって発 の発光特性を向上させるための手段としては、有機発光 良、路極材料の選択や改良等が知られている。これらの うち、陰極材料の選択や改良は、陰極から直接または電 改善し、これによって発光特性の向上を図ろうとするも のである。発光層への電子の注入効率を改善するうえか とが望ましく、そのため、陰柢材料として仕事関数の小 光を生じる。このような発光機構に基づく有機EL繋子 子注入層を介して発光層に注入される電子の注入効率を らは、有機物糧(発光層または電子法入層)の電子伝導 単位へ路極から電子を注入する際の注入障壁を下げるこ 入された正孔と陰極から直接または電子注入層を介して 【0003】上記の構造をなしている有機EL素子で 材料や注入材料(正孔注入材料、電子注入材料)の改 さい金属を用いることが検討されている。

【0004】有機EL紫子用の路極として現在最も用い [0005] 例えば特開昭60-165771号公報に 8)の少なくとも1種を1~99瓜種%含有させた合金 Mgよりも更に仕事関数が小さく電子注入性に優れてい る他のアルカリ土類金属、あるいはアルカリ金属を利用 当散中金属にアルカリ金属(Li,Na,K,Rb,C によって単層構造の陰極を形成した有機EL繋子が開示 られているものは、アルカリ土類金属の1つであるマク は、A1, Ca, Mg, Be等の軽金属を中金属とし、 g) 等を安定化金属として用いたMg系電極であるが、 ネシウム(Mg)を電子注入金属として用い、銀(A して踏極を形成することについても検討されている。 されている。

腐食性金属層を設けることによって二層構造の陰極を形 n, Ni, Cu, Ag, Au, Pt, Zn 等からなる離 i, Na, K苺)を6モル%以上含有させた合金によっ **て単層構造の陰極を形成した有機EL繋子、および、前** は、アルカリ金属元素以外の金属(Mg, Al, In, [0006]また、特開平4ー212287号公報に S n, Z n, Z r, A g 巻) にアルカリ金属元素 (L 記の合金からなる層の上に更にMg, Sn, Al, I

【0007】そして、特開平5-121172号公報に は、(1) アルミニウム100弦量部に対してリチウムを 0.01~0.1重量部含む合金によって単層構造の陰 にアルミニウムまたはマグネシウムからなる保護電極を 散けることによって二層構造の陰極を形成した有機巨し チウムを10~25重量部含む合金によって単層構造の 上にアルミニウムまたはマグネシウムからなる保護電極 を設けることによって二層構造の路極を形成した有機日 し紫子、(5) アルミニウムまたはマグネシウム1000 重量部に対してリチウムを50瓜量部以下含む合金によ って単層構造の陰極を形成した有機EL索子、(6) 上記 らなる保護電極を設けることによって二層構造の路極を 形成した有機EL素子、(1) アルミニウムまたはマグネ シウム 1000 監量部に対してストロンチウムを400 園書部以下含む合金によって単層構造の陰極を形成した。 ミニウムまたはマグネシウムからなる保護配極を設ける 紫子、(3) マグネシウム100 監量部に対してストロン 路極を形成した有機区し落子、(4) 上記(3)の合金路極 (5)の合金階框上にアルミニウムまたはマグネシウムか 有機EL素子、および(8) 上記(7)の合金階極上にアル 極を形成した有機尼し業子、(2) 上記(1)の合金陰極上 ことによって二層構造の路極を形成した有機BL紫子、 が開示されている。

力変換効率が高く、均一発光性に優れ、かつ、紫子寿命 【0008】しかしながら、路極材料として単にアルカ り金属またはアルカリ土類金属を利用するだけでは、配 の長い有機EL素子を得ることは困難である。

一発光性に優れ、かつ、業子芽命の長いものを容易に得 【0009】本発明の目的は、電力変換効率が高く、均 ることができる有機EL素子を提供することにある。 [0010]

[目的を遠成するための手段] 上記の目的を達成する本

層側からみて順次形成されてなり、散路極における酸素 と、路極とが基板上に順次積層されている有機BL素子 ルカリ土類金属との総量で0.5~5at%含有する厚さ 5~50mmの合金領域と仕事関数3.0 e V以上の金 属からなる上部金属領域との2つの領域が、前配有機物 の存在濃度が1at%以下であることを特徴とするもので 発明の有機EL素子は、陽極と、有機発光材料を含有す 9 e V以下のアルカリ土類金属を散アルカリ金属と散ア であり、前記路極は、アルカリ金属または仕事関数2. る発光層を備えた単層構造または多層構造の有機物層

[0011]

て詳細に説明する。本発明の有機EL素子は、上述した ように、当散有機BL素子を構成している陰極が特定の 合金領域と上部金属領域との2つの領域からなり、当散 【発明の実施の形態】以下、本発明の実施の形態につい **쒘極における酸葉の存在濃度が1at%以下である点に最** 大の特徴があるので、まずこの陰極について説明する。

【0012】本発明の有機EL素子を構成している路極 製験されていない可能性があり、また、製験の再現性の 属が陰極表面近くまで分布することになり、アルカリ金 アルカリ金属またはアルカリ土類金属において酸化等の 劣化が進行しやすくなる。したがって、前記の合金領域 しての形態維持,製版の再現性,酸化耐性等、性能(電 子注入性)保持の観点から、10~30nmであること は、厚さ5~50mmの合金領域と上部金属領域とが後 面からも問題がある。一方、前配の合金領域の厚さが5 0 n mを超えると、当散合金領域に含まれているアルカ り金属または仕事関数2.96V以下のアルカリ土類金 属あるいはアルカリ土類金属の量にもよるが、これらの の厚さは5~50mmとする。合金領域の厚さは、厳と 膜としての形態が不完全であることから場所によっては 述する有機物層倒からみてこの順で順次形成されてな 5。ここで、前記の合金領域の厚さが5mm未満では、 が特に好ましい。

含有する合金からなる。ここで、本発明で各元素につい 金属と当散アルカリ土類金属との総量で0.5~5at% 【0013】当散合金領域は、アルカリ金属または仕事 関数2. 9 e V以下のアルカリ土類金属を当散アルカリ ていう「仕事関数」の値は『J. Appl. Phys. 第48巻』(1977年)の第4729頁に記載されて いるアータに描びくものかある。

(Li;仕事関数2.9eV), ナトリウム (Na;仕 eV), ルビジウム (Rb;仕専関数2.16eV) お よびセシウム (Cs; 仕事関数2. 14eV) が挙げら れる。また、仕事関数2.9eV以下のアルカリ土類金 eV) およびパリウム (Ba;仕事閲数2, 7eV) が 【0014】アルカリ金属の具体例としては、リチウム 専関数2. 75eV), カリウム (K;仕事関数2.3 87eV), ストロンチウム (Sr;仕事関数2.59 属の具体例としては、カルシウム(Ca;仕事関数2. 挙げられる。

【0015】合金領域を形成する合金には、アルカリ金 ちで前記のアルカリ金属のみを1種または複数組含有さ せてもよいし、前配のアルカリ土類金属のみを1種また は複数種含有させてもよいし、前配アルカリ金属の1種 **靍と仕事関数2.9eV以下のアルカリ土類金属とのう** または複数種と前配のアルカリ土類金属の1種または複 数種をそれぞれ含有させてもよい。

子性能の再現性が低下する。一方、前配のアルカリ金属 9 e V以下のアルカリ土類金属との総量は、0.5~5 at%の範囲内とする。前配のアルカリ金属と前配のアル 性を担う低仕事関数金属(前記のアルカリ金属および前 性が不十分になり、また、合金組成の再現性ひいては繋 カリ土類金属との総量が0.5at%未満では、電子注入 記のアルカリ土類金属)の含有量が少なすぎて電子注入 [0016] ただし、いずれの場合でも、上記の合金 (合金領域) に含有させるアルカリ金属と仕事関数2.

カリ土類金属が多すぎて素子の酸化耐性が低下すると共 に、無発光点が増える等、発光の均一性が低下する。前 と、活性な金属であるこれらのアルカリ金属およびアル 記のアルカリ金属とアルカリ土類金属との総量は1~3 と前記のアルカリ土類金属との総量が5at%を超える at%であることが特に好ましい。

ルカリ金属と仕事関数2.9eV以下のアルカリ土類金 **属との総量の含有量は、後述する有機物層側から上部金** 瞬間にかけて実質的に対しであってもよいが、有機物権 関から上部金属側にかけて漸次、高濃度から低濃度へ変 化していることが好ましい。このとき、有機物層との界 [0017] また、上記の合金 (合金領域) におけるア 面およびその近傍における前配含有量は10at%程度と いう高濃度であってもよい。

しては、アルカリ金属および仕事関数2.9eV以下の g), 剱(Cu), 亜鉛(Zn), 鉛(Pb), 錫(S ルカリ金属および仕事関数2. 9 e V以下のアルカリ土 類金属以外の金属成分(以下「第2金属」という。) と n)等、種々の金属を1種または複数種利用することが 【0018】一方、上記の合金(合金領域)におけるア アルカリ金属と第2金属との好ましい組み合わせとして 9 e V以下のアルカリ土類金属と第2金属との好ましい **組み合わせとしては例えば下記(i)~(iii)のものが挙げ** できるが、膜性が良好な合金になるものほど好ましい。 は何えば下記(1)~(2)のものが挙げられ、仕事関数2. アルカリ土類金属の種類に応じて、アルミニウム(A 1), マグネシウム (Mg), 金 (A n), 銀 (A

【0019】・アルカリ金属と拵2金属との好ましい組

(1) アルカリ金属がLiである場合

(2) アルカリ金属がNa, K, CsまたはRbである場 n, PbまたはSnを用いることが好ましく、なかでも A1, Zn, PbまたはSnを用いることが好ましい。 第2金属としてはAI, Mg, Ag, Au, Cu, Z

第2金属としてはAI,MgまたはAgを用いることが 好ましく、なかでもAIまたはMgを用いることが好ま 【0020】・アルカリ土類金属と第2金属との好まし い組み合わせ

(i) アルカリ土類金属がCaである場合

∯2金属としてはA1, Mg, Ag, Cu, Zn, Pb またはSnを用いることが好ましく、なかでもAlまた はMgを用いることが好ましい。O

n,PbまたはSnを用いることが好ましく、なかでも ∯2金属としてはA1, Mg, Au, Ag, Cu, Z AIまたはMgを用いることが好ましい。 (ii)アルカリ土類金属がSrである場合

(iii) アルカリ土類金属がBaである場合

またはSnを用いることが好ましく、なかでもAI,M g, SnまたはPbを用いることが好ましい。上配の合 第2金属としてはA1, Mg, Ag, Cu, Zn, Pb 金領域の形成方法については後述する。

特開平9-232079

3

[0021] 本発明の有機EL素子を構成している降極 は、後述する有機物層側からみて、上述した合金領域と て、前記の上部金属領域は仕事関数3.0eV以上の金 上部金属領域とがこの周で周次形成されてなる。そし 属からなる。

V), 金(Au;仕事関数5.1eV), 銀(Ag;仕 【0022】ここで、仕事関数3.0eV以上の金属の 具体倒としては、アルミニウム(Al:仕事関数4.2 専関数4.26eV), ∰ (Cu;仕事関数4.65e 8 e V) , マグネシウム (Mg:仕事国数3.66e b;仕事関数4.25eV), 編 (Sn;仕事関数4. V), 亜鉛(Zn;仕事関数4.33eV), 鉛(P 42eV)苺が挙げられる。

【0023】上部金属領域は、仕事関数が3.0eV以 上である1種の金属のみによって形成してもよいし、仕 事関数が3.0eV以上である2種以上の金属同士の混 い。いずれの場合でも、路極金体の関性には良好なもの が要求されるので、当数上部金属領域の下地である前述 の合金領域の組成を勘案して、膜性の良好な上部金属領 域が形成されるようにその組成を適宜選択する。合金領 蚊と上部金属領域との好ましい組み合わせとしては、例 【0024】(a) 合金倒域の組成がAl-Liである場 合物(固溶体、合金を含む。)によって形成してもよ えば下配(a) ~(g) のものが挙げられる。

上部金属領域はAI, Mg, Ag, Au, Cu, Zn, P b またはS n からなることが好ましく、なかでもA 1, Ag, PbまたはSnからなることが好ましい。 (b) 合金領域の組成がPbーLiである場合

上部金属領域はA1, Mg, Ag, Au, Cu, Zn, 上部金属領域はAl, Mg, Ag, Au, Cu, Zn, PbまたはSnからなることが好ましく、なかでもA PbまたはSnからなることが好ましく、なかでもA 1, Ag, PbまたはSnからなることが好ましい。 1, Ag, PbまたはSnからなることが好ましい。 1,MBまたはABからなることが好ましい。, (c) 合金領域の組成がSn-Liである場合 (d) 合金領域の組成がMg-Naである場合

[0025] (e) 合金領域の組成がAl-Caである場 上部金属領域はAl, Mg, Ag, Au, Cu, Zn, P b またはS n からなることが好ましく、なかでもA

PbまたはSnからなることが好ましく、なかでもAI 上部金属領域はAl, Mg, Ag, Au, Cu, Zn,

(f) 合金領域の組成がAI-Srである場合 またはA gからなることが好ましい。

特閣平9-232079

P b またはSnからなることが好ましく、なかでもAI E配金屬領域はAI, Mg, Ag, Au, Cu, Zn, またはA gからなることが好ましい。

上部金属領域はAl, Mg, Ag, Au, Cu, Zn, PbまたはSnからなることが好ましく、なかでもA 1. MgまたはAgからなることが好ましい。 (g) 合金領域の組成がMg-Srである場合

熱によって紫子が損傷を受けやすくなる。これらの理由 【00.26】上述した上部金属領域の厚さは特に限定さ れるものではないが、その厚さがあまりに避いとその下 部に位置する前述の合金領域を保護する他力に欠け、合 から、上部金属領域の厚さは、その組成に応じて、概ね 金領域に含有されているアルカリ金属や仕事関数2.9 e V以下のアルカリ土類金属の存在により劣化が進行し やすくなる。一方、その厚さがあまりに厚いと製酸時の 50~300nmとすることが好ましく、概ね100~ 200nmとすることが特に好ましい。上部金属領域の 形成方法につこれは後述する。

森の存在濃度が1at%以下であることを意味し、「上部 【0027】本発明においては、前述した合金領域と上 述した上部金属領域との2つの領域からなる階極におけ 上部金属領域中の任意の場所で測定した酸素の存在濃度 **ここで、本発明でいう「陰極における酸素の存在濃度が** lat%以下」とは、陸極中の任意の場所で測定した酸素 at%以下」とは、合金倒域中の任意の場所で測定した酸 本明細 でいう 「合金倒域における酸素の存在濃度が1 る酸素の存在濃度を、前述のように1at%以下とする。 の存在濃度が1at%以下であることを意味する。また、 金属領域における酸素の存在濃度が1at%以下」とは、 がlat%以下であることを意味する。

し第子の均一発光性、輝度および繁子寿命がそれぞれ低 【0028】路極、特に合金領域における酸素の存在濃 度が1at%を超えると、有機EL素子に無発光点が生じ **易くなり、無発光点が生じた場合には当散無発光点が繋** 子の連続駆動に伴って増加、拡大することから、有機臣

【0029】本発明の有機EL繋子では、前述した合金 る酸素の存在濃度が1at%以下と低いので、アルカリ金 いう特定の量であることから、このような有機EL寮子 領域と上部金属領域との2つの領域からなる階極におけ 属や仕事関数2.9eV以下のアルカリ土類金属が実質 的に酸化をうけていない状態で前配の合金領域に含有さ れている素子を容易に得ることができる。アルカリ金属 や仕事閲数2.9eV以下のアルカリ土類金属が酸化を また、これらの金属の総量の含有量が0.5~5at%と い。したがって本発明の右橇EL繋子は、配力変換効率 うけていなければ、これらの金属の電子注入性は高く、 は電力変換効率が高く、また、無発光点が塔しく少な

少ないということは、均一発光性に優れていることを意 0 e V以上の金属からなる上部金属領域が形成されてい ることから、当数上部金属領域によって合金領域中のア ルカリ金属または仕事関数2. 9 e V 以下のアルカリ土 類金属が保護される。その結果として、上述した路極を 備えている本発明の有機EL葉子は、葉子好命の長いも 味する。さらに、前配の合金領域の外側に仕事関数3. のを容易に得ることができる有機EL繋子である。

【0030】上近の特性を有する本発明の有機EL葉子 は、ページャーや魔時軒の表示用パックセイト等の画光 頃、あるいは有機EL投示装置用の投示パネルの構成部 材や画素等として好適である。

は、次のようにして分析したものを意味する。すなわ [0031] なお、本発明でいう「合金領域の組成」

S) および二次イオン質量分析法 (SIMS) によって ち、基板上に陽極,有機物層および降極をこの順で順次 形成して有機EL素子を得、この有機EL素子の路極表 国から有機物層倒へ向けて一定のスパッタレートでその 表面をAェイオンガンによりスパッタし、その際、ある 一定の深さ毎に表面の組成をオージェ配子分光法 (AE B析し(AESおよびSIMSによって、いわゆるデブ 【0032】このとき、AESではat%レベルで、合有 **スプロファイルの測定を行う。)、その結果に基づいて** 求めた組成を意味する。

金属の組成および不純物の同定を行う。またSIMSで は、目的とする組成の合金領域と同一の構成元素からな るが組成比が異なる合金インゴットを数種類あらかじめ 作製し、組成が既知であるこれらの合金インゴットにつ いてその組成をSIMSで分析して、アルカリ金属と算 成比との検量級をそれぞれ作成しておく。そして、有機 検量線の作成に用いた前配の合金インゴット中に前配の 2 金属とのシグナルカウント比および仕事関数2.9e V以下のアルカリ土類金属と第2金属とのシグナルカウ ント比を求め、これらのシグナルカウント比と実際の組 ルカリ土類金属についてのデブスプロファイルを求める アルカリ金属,アルカリ土類金属および第2金属の他に 定を併用して合金以外の成分が含まれていないことを確 認したうえて、SIMSによる定量結果を機論する。S IMSによって上述のようにして求められる組成比の安 ラズマ発光分光分析)から求めた陰極金体における平均 前記の各検量線に従って前記アルカリ金属および前記ア 元葉が含まれていないことが必要である (マトリックス 効果)ので、この条件を確認するためにAESによる調 当性は、陰極全体を溶出させてICP分析(誘導結合ブ EL執子についてのS I MSデグスプロファイルから、 (検量額法)。 SIMSで定量性を開始するためには、 農度により確認した。

数合金領域上に上部金属領域を形成するか、上部金属領 [0033] 本発明の有機EL素子を構成する上述の陰 極は、後述する有機物層上に合金領域を形成した後に当

ることができる有機EL茶子である。無発光点が著しく

が高く、また、無発光点が著しく少ないものを容易に得

域を形成した後に当散上部金属領域上に合金領域を形成 する(この場合には合金領域上に後述する有機物層が形 成される。)ことによって、作製することができる。合 金領域および上部金属領域は、それぞれ真空蒸着法(抵 法,スパッタリング法尊、種々の方法によって形成する ことができる。合金領域あるいは2成分以上からなる上 当数真空蒸着は一元蒸着であってもよいし二元以上の多 元同時蒸着であってもよい。同様のことは、合金領域あ るいは2成分以上からなる上部金属領域を真空蒸着法以 部金属領域を例えば真空蒸着法によって形成する場合、 抗加熱蒸着法,配子ピーム蒸着法,高周波誘導加熱法, オンプレーティング法,クラスターイオンピーム茶着 ホットウォール蒸着法梅),分子親エピタキシー法, 外の方法によって形成する場合についてもいえる。

【0034】いかなる方法によって陰極を形成する場合 上に上部金属領域を形成するまでの間に、または、合金 も、合金領域と上部金属領域とを同じ方法、奥用的には い。ここで、本明細書でいう「合金領域と上部金属領域 合金領域上に上部金属領域を形成するまでの間に、また は、合金領域の形成から当散合金領域上に有機物層を形 て、合金領域および上部金属領域もしくは有機物層の形 でも、有機物層上への合金領域の形成から当散合金領域 領域の形成から当散合金領域上に有機物層を形成するま での間に前記の合金領域が酸化することや紫子へダスト が混入すること簪を防止するうえから、合金領域と上部 とを連続的に形成する」とは、合金領域の形成から当散 同一の装置によって、連続的に形成することが好まし 成するまでの間に合金領域が空気に触れないようにし 金属領域とを互いに異なる方法によって形成するより 成を順次行うことを意味する。

【0035】上で例示した方法によって合金領域を形成 するにあたっては、当散合金領域における酸素の存在濃 度を1at%以下にするうえから、下記(I)または(I 1) のようにして製膜を行うことが好ましい。

真空環境下で製態を行う場合には、(i) 前記雰囲気中の (1) 製膜時の雰囲気の全圧 (以下「蒸着時真空度」と 水ガスの分圧を四重極質量分析計の測定値で概ね3.0 中の酸繁ガスの分圧を四度極質量分析計の測定値で前記 (ii)前記雰囲気中の水繋ガスの分圧を四ជ極質量分析計 し、かつ、当散雰囲気を、水紫ガスの分圧が四重極質量 いう。) が5. 0×10-7~5. 0×10-6Torrである の遡定値で概ね4. 0×10-7~4. 0×10-6Torrと 分析計の測定値で水ガスの分圧よりも高い還元性雰囲気 ×10-7~3.0×10-eTorrとし、かつ、当散雰囲気 **水ガスの分圧の5%以下にして製膜を行うか、または、** にして製版を行う。

【0036】上記(I)または(II)のようにして合金 (II) 蒸着時真空度が5×10-9~2.0×10-7forr である高真空ないし超高真空環境下で製版を行う。

領域の製膜を行った場合でも、製膜基板へのアルカリ金

隔または仕事関数2.9eV以下のアルカリ土類金属の 入射頻度が酸素や木の入射頻度よりも高くなる製蔵条件 であった場合には、酸素の存在濃度が1at%以下である 合金領域を形成することが困難になる。

金領域を形成する場合には、水品抵動子式膜厚計によっ て遊定した蒸着速度(以下同じ。)を 0.005~10 nm/sとすることにより、所留の金属組成比の合金領 域を後述する有機物層上に安定に形成することができる て0.5~2mm/sの蒸着滋度で製販を行うと、酸素 の存在濃度がlat%以下である所盤金属組成比の合金領 る場合には、当散合金領域に含有させようとするアルカ リ金属または仕事関数2.9eV以下のアルカリ土類金 0×10-eTorrとした一元の真空蒸着法によって合 Torrとした多元の真空蒸着法によって合金領域を形成す 属の蒸着速度を0.005~0.1nm/s程度とする ことにより、所望の金属組成比の合金領域を後述する有 機物層上に安定に形成することが可能になるが、蒸着時 酸素の存在濃度が1at%以下である所望金属組成比の合 【0037】例えば、蒸着時真空度を5.0×10-1~ が、蒸着時真空度を5×10-eTorrよりも高い圧力にし また、蒸着時真空度を5.0×10-7~5.0×10-6 金領域を後述する有機物層上に形成することが困難にな 域を後述する有機物層上に形成することが困難になる。 005~0.01nm/sの蒸着滋暖や製漑を行うと、 真空度を1. 0×10-sTorrよりも高い圧力にして0.

ては、基板へのアルカリ金属または仕事関数2.9eV [0038] したがって、合金領域を形成するにあたっ 以下のアルカリ土類金属の入射頻度および基板への酸素 一元の真空旅着法または多元の真空旅着法によって合金 は、0.5℃以下の精度で蒸発源温度を監視制御するこ や水の入射頻度も考慮して、製閥条件を適宜選択する。 領域を形成する際に上配の蒸着速度を維持するために とが好ました。

【0039】一方、先に何示した方法によって上部金属 領域を形成する場合には、当数上部金属領域にはアルカ リ金属や仕事関数2.9eV以下のアルカリ土類金属を 含有させないことから、合金領域を形成する場合よりも 容易に、酸素の存在濃度を1at%以下にすることができ

得られる膜(合金領域および上部金属領域)の厚きの均 一性および基板以外に付着することによるロスを考慮す ると、基板と蒸発版との関の距離は15~50cmとす [0040] 真空蒸着法によって陰極を形成する場合、 ることが好ましい。

[0041]なお、本明細書でいうアルカリ金属および アルカリ土類金属についての上記の「蒸着速度」は、後 述する有機物層へのこれらの金属の付着確率が1ではな いことから、実際に製膜される堆積速度を意味している わけではない。本発明者らの検討から、前記の付着確率

は寄しく小さいことが判明した。したがって、本明細書 でいう前記の「蒸着速度」は、腹厚計付近の蒸発金属の 濃度(蒸気圧)を意味している。

製膜時の雰囲気中の水ガスが酸素の供給源ともなり得る ことから、当散水ガスの分圧についてもできるだけ低く 抑えることが好ましい。そのためには、水に対して有効 な排気速度を有するポンプであるクライオポンプを備え た契膜数置あるいは液体盤素等によって冷却されるトラ ップ機構を有する排気系を備えた製ی設設置を使用するこ 【0042】また、合金領域を形成するにあたっては、

ば、前記の透明基板上の積層層が下記(1)~(4)の [0043] 本発明の有機EL繋子は、上述のようにし て形成することができる前述の階極を備えたものであれ ばよく、その層構成については有機区し紫子として機能 するものであれば特に限定されるものではない。有機E し茶子の層構成としては確々のものがある。透明基板上 に形成され、かつ、当散透明基板を光取り出し面とする タイプの有機臣し案子の層構成の具体例としては、例え ものが挙げられる。なお、基板を光取り出し面としない 場合には、基板上の積層版を下記(1)~(4)の逆と することもできる。

- (2) 陽極/正孔注入層/発光層/陰極
- (3) 陽極/発光層/電子往入層/陰極
- [0045] 上記 (1) のタイプの有機EL繋子および 上記 (1) とは積層風が逆のタイプの有機EL素子では 発光層が本発明でいう単層構造の有機物層に相当し、上 **記(2)のタイプの有機Eし業子および上記(2)とは** 資層順が逆のタイプの有機氏し索子では正孔注入層およ 上記(3)のタイプの有機EL紫子および上記(3)と は積層原が逆のタイプの有機EL素子では発光層および び発光層が本発明でいう多層構造の有機物層に相当し、 (4) 陽極/正孔注入層/発光層/配子注入層/階極 配子注入層が本発明でいう多層構造の有機物層に相当
 - **法入層, 発光層および電子注入層が本発明でいう多層標** (4) とは積層原が逆のタイプの有機EL素子では正孔 し、上記(4)のタイプの有機EL素子および上記 造の有機物層に相当する。

材料および/または正孔注入材料との混合物や、当散混 よって形成される場合もある。また、上述した層構成の 合物もしくは有機発光材料を分散させた高分子材料等に て、有機EL茶子への水分や酸素の侵入を防止するため 【0046】発光層は、通常1種または複数種の有機発 光材料によって形成されるが、有機発光材料と配子注入 右機EL素子の外周に当散有機EL素子を覆うようにし の封止層が散けられる場合もある。

材料を用いることができる。基板も含めて、路極以外の の材料については特に限定されるものではなく、種々の [0047] 本発明の有機EL紫子では、路極以外の層

各層について以下群述する。

[0048] (A) 基板

板として利用することができる。この場合の基板は無機 基板を光取り出し面とする場合には、前述したように遊 (BL光) に対して商い遊過性 (概ね80%以上) を与 チレン,非晶質ポリオレフィン, フッ素系樹脂等の透明 い場合には、上述した透明基板以外のものについても基 ルカリガラス,無アルカリガス簪の透明ガラスや、ポリ ユチレンテレンタレート, ポリカーボネート, ポリエー テルスルホン, ポリエーテルエーテルケトン, ポリフッ 化ピニル, ポリアクリワート, ポリプロピレン, ポリエ 樹脂、または石英尊からなる板状物やシート状物、ある いはフィルム状物が挙げられる。どのような透明基板を 用いるかは、目的とする有機EL素子の用途等に応じて 適宜週択可能である。一方、基板を光取り出し面としな える物質からなったいればよく、その具体倒としてはア 明基板を用いる。この透明基板は、発光層からの発光 物であったもよいし有機物であってもよい。 【0049】 (B) 陽極

合物が好ましく用いられる。具体例としてはA u 等の金 抗は数百の/□以下が好ましい。陽極の殿厚は材料にも 以上)金属,合金,電気伝導性化合物またはこれらの混 属、CuI,ЛTO,婦政化物,亜鉛酸化物等の導配性 **透明材料が挙げられる。陽極は、蒸着法やスパッタ法**尊 の方法で上記材料の薄膜を形成することにより作製する ことができる。発光層からの発光(EL光)を陽極固か 0%以上であることが好ましい。また、陽極のシート柢 聯極の材料としては、仕事関数の大きい (例えば4 e V よるが、通称10nm~1μm、好ましくは10~20 ら取り出す場合、陽極における前配EL光の透過率は1 0 nmの範囲で選択される。 [0050] (C) 結光層

発光層の材料として使用する有機発光材料は、(a) 電荷 **注入層から正孔を注入することができ、路極あるいは電** 子注入層から電子を注入することができる機能、(b) 輪 送機能、すなわち、注入された正孔および電子を電界の が、上記(a) ~(c) の各機能それぞれについて十分な性 有機発光材料としては、例えばペンゾチアゾール系,ペ の注入機能、すなわち、電界印加時に隔極あるいは正孔 既子と正孔の再結合の場を提供し、これらを発光につな 郎を併せもつことは必ずしも必要ではなく、何えば正孔 の注入輸送性が電子の注入輸送性よりも大きく優れてい ンゾイミダゾール系,ペンゾオキサゾール系等の蛍光増 るものの中にも有機発光材料として好適なものがある。 白剤や、スチリルベンゼン系化合物等を用いることがで 力で移動させる機能、および(c) 発光機能、すなわち、 げる機能、の3つの機能を併せもつものであればよい

【0051】上記の蛍光増白剤の具体例としては、ベン ゾオキサゾール系では2,5~ピス(5,7~ジーt~

-2-ペンプオキサブリル〉スチルペン、4, 4´ービ ス [5, 7ージー (2ーメチルー2ープチル) ー2ーペ ペンチガー2-ペンンオキサンリル) - 1, 3, 4 -チ アジアゾール、4、4、 一ピス(5,7ーtーペンチル ンゾオキサゾリル] スチルペン、2、5ーピス(5, 7 **ージーtーよソチドー2ースソンキキキンコド) チギコ** [5, 1ージー (2ーメチルー2ープチル) ー2ーペン ェン、2,5ーピス [5ーa,aージメチルベンジルー 2ーペンゾオキサゾリル] チオフェン、2, 5ーピス

(アンセン、1、4ービス (3ーエチルスチリル) へ

スチリルペンゼン、1、4ービス (2ーエチルスチリ

ンゼン、1、4ーピス (2ーメチルスチリル) ー2ーメ ナルペンポン、1, 4ーピス(2 -メチドスチリル)-【0053】さらに、上近した蛍光増白剤およぴスチリ

2-1チルペンゼン棒が替げられる。

ルベンゼン私化合物以外にも、例えば12ーフタロベリ 1, 4, 4ーテトラフェニルー1, 3ープタジエン、ナ ル誘導体、アルダジン誘導体、ピラジリン誘導体、シク

1, 1, 4 - 37 + 1 + 1, 3 - 793 + 2, 1,フタルイミド誘導体、ペリレン影導体、オキサジアゾー

・ダイズ (1971), 第628~637頁および第6 [0052] また、上記のスチリルペンゼン系化合物の ペンポン、1,4ーピス(3ーメチルスチリガ) ヘンポ ソ、1、4ーピス(4ーメチbスチロガ) ムンおン、ジ

40買に列挙されている。

具体例としては、1, 4ーピス (2ーメチルスチリル)

特閣平9-232079

æ

ル) ピニル] ナフト [1,2-d] オキサンール梅が裕 げられ、ペンゾチアゾール系では2,2′ー (pーフェ **ロワンジピロワン) - ガスペンンチアン - ア特が挙げら** れ、ペンゾイミタゾール系では2-[2-[4-(2-ペンゾイミゲゾリル) フェニル] ピニル] ペンゾイミダ **ひ) ピフェニル、5 - メチルー2 - [2 - [4 - (5 -**ル」ペンプイミダゾール等が挙げられる。さらに、他の 有用な化合物は、ケミストリー・オブ・シンセティック メチルー2ーベンンオキサゾリル) フェニル] ビニル] 2, 5ーピス(5-メチル-2-ベンンオキサンリル) チオフェン、4, 4' ーピス (2ーベンンオキサンリ ペンゾオキサゾール、2 - [2 - (4 - クロロフェニ ゾール、2 - [2 - (4 -カルボキシフェニル) ビニ ゾオキサゾリル] -3, 4ージフェニルチオフェン、

ロペンタジエン誘導体、ピロロピロール誘導体、スチリ ルアミン誘導体、クマリン系化合物、国際公開公報WO 9 0 / 1 3 1 4 8 & Appl. Phys. Lett., vol 58, 18, P1982

(1991) に記載されているような高分子化合物、芳香族

ジメチリディン系化合物、下記一般式(1)

(R-Q) :-A1-0-L

 Ξ

(式中、上はフェニル部分を含んでなる炭素数6~24の炭化水素を扱し、0 - Lはフェノラート配位子を表し、Qは直載8 - キノリノラート配位子を表し、Rはアルミニウム原子に重数8 - キノリノラート配位子が2億を上回って結合するのを立体的に放きするように選ばれた8 - キノリノラート環画核基を設

で表される化合物等も、有機発光材料として用いること

【0054】ここで、上配芳香族ジメチリディン系化合 协の具体例としては、1,4ーフェニレンジメチリディ ン、4,4′ ーフェニレンジメチリディン、2,5-キ **- ローテレフェニレンジメチリディン、4, 4′ ーピス** ル、4,4′ ーピス(2,2ージフェニルピニル)ピフ ピス (2ーメチルー8ーキノリノラート) (ローフェニ ルフェノラート) アルミニウム (III) 、ピス (2ーメ チルー8ーキノリノラート) (1ーナフトラート) アル シリレンジメチリディン、2,6ーナフチレンジメチリ ディン、1, 4ーピフェニレンジメチリディン、1, 4 上記一般式(1)で表される化合物の具体例としては、 ェニル等、およびこれらの誘導体が挙げられる。また、 (2, 2ージーtーブチルフェニルピニル) ピフェニ ミニウム (III) 棒が挙げられる。

えばクマリン系あるいは前記ホストと同様の蛍光色器を 有機発光材料として前配の化合物を用いた場合には、青 【0055】その他、上近した有機発光材料をホストと し、当散ホストに青色から緑色までの強い蛍光色素、何 ドーブした化合物も、有機発光材料として好適である。

異なる。)を高効率で得ることができる。前配化合物の 色から緑色の発光(発光色はドーパントの種類によって 材料であるホストの具体例としては、ジスチリルアリー レン骨格の有機発光材料 (特に好ましくは例えば4,

が挙げられ、前配化合物の材料であるドーパントの具体 好ましくは例えばN, Nージフェニルアミノピフェニル ペンゼン) や4, 4' ーピス [2 – [4 – (N, Nージ - ロートリル) フェニル] ピコル] ピンェード) 左拾訳 聞としては、ジフェニルアミノピニルアリーレン (特に 4' ーピス (2, 2ージフェニルピニル) ピフェニル)

【0056】上近した有機発光材料を用いて発光層を形 きるが、スパッタリング法以外の方法を適用することが であり、通常この分子堆積際は、LB法により形成され キャスト法、LB法等の公知の方法を適用することがで が好ましい。ここで分子堆積騰とは、気相状態の材料化 合物から沈着され形成された薄膜や、溶液状態または液 好ましい。また、発光層は、特に分子堆積膜であること 相状態の材料化合物から固体化され形成された眺のこと 成する方法としては、何えば蒸着法、スピンコート法、 た薄膜(分子累積膜)とは凝集構造、高次構造の相遇 特閣平9-232079

9

できる。さらには、樹脂等の枯着剤と有機発光材料とを や、それに起因する機能的な相違により区分することが **帝刺に帝かして帝後とした後、これをスピンコート法**尊 により薄膜化することによっても、発光器を形成するこ とができる。このようにして形成される発光層の販厚に **ついては特に創限はなく、状況に応じて適宜選択するこ** とができるが、過程5mm~5ヶmの範囲が佇ましい。 [0057] (D) 正孔注入图

必要に応じて設けられる正孔注入層の材料(以下「正孔 住入材料」という。)は、正孔の注入性あるいは配子の 障壁性を有しているものであればよく、例えば、従来よ り電子感光体の正孔注入材料として用いられているもの を適宜選択して用いることができ、正孔の移動度が10 以上であるものが好ましい。正孔注入材料は、有機物お -5cm3 /V·s (電界強度104~105 V/cm) よび酢穀物のかわのわられた。

【0058】具体例としては、トリアゾール誘導体、オ キサジアゾール誘導体、イミダゾール誘導体、ポリアリ **ールアルカン誘導体、ピラゾリン誘導体、ピラゾロン誘** 導体、フェニレンジアミン酸導体、アリールアミン酸薄 スチリルアントラセン誘導体、フルオレノン誘導体、ヒ ポリシラン、アニリン系共置合体、導配性高分子オリゴ マー (特にチオフェンオリゴマー) 、ポルフィリン化合 物、有機発光材料として示した前述の芳香族ジメチリデ 体塔を挙げることができる。正孔注入材料としては、ポ ルフィリン化合物、芳香族第三級アミン化合物またはス チリルアミン化合物を用いることが好ましく、特に芳呑 ィン発化合物、p型-Siやp-型SiG枠の無数半導 体、アミノ置換カルコン砂導体、オキサゾール砂導体、 ドランン誘導体、スチルベン誘導体、シラザン誘導体、 物、芳香族第三級アミン化合物、スチリルアミン化合 族第三級アミン化合物を用いることが好ましい。

15, 20-テトラフェニルー21H, 23H-ポルフ は、ポルフィン、1, 10, 15, 20ーテトラフェニ (ペンタフルオロフェニル) -21H, 23H-ポルフ イン、シリコンフタロシアニンオキシド、アルミニウム ジリチウムフタロシアニン、鋼テトラメチルフタロシア ニン、銅フタロシアニン、クロムフタロシアニン、亜鉛 フタロシアニン、鉛フタロシアニン、チタニウムフタロ シアニンオキシド、マグネシウムフタロシアニン、鍋オ ルー21H, 23Hーポルフィン銅 (II)、1, 10, 【0059】上記ポルフィリン化合物の具体倒として イン亜鉛 (II) 、5, 10, 15, 20ーテトラキス フタロシアニンクロリド、フタロシアニン(無金属) クタメチルフタロシアニン等が挙げられる。

[0060]また、前配芳香族第三級アミン化合物およ N´, N´ ーテトラフェニルー4, 4´ ージアミノフェ ニル、N,N' ージフェニルーN,N' ーピスー (3 ー ぴスチリルアミン化合物の具体例としては、N, N, メチルフェニル)- [1, 1' ーピフェニル] -4,

フェニル) ー4ーフェニルシクロヘキサン、ピス(4ー ン、ピス(4ージーロートリルアミノフェニル)フェニ ミノジフェニルエーテル、4, 4' ーピス (ジフェニル ン、4 — N,N — ジフェニルアミノー(2 — ジフェニル ミノフェニル) プロパン、1,1ーピス(4ージーpー N′, N′ ーテトラーロートリルー4, 4′ ージアミノ ルメタン、N,N´ ージフェニルーN,N´ ージ(4 ー アミノ] ピフェニルのように2個の組合芳香族環を分子 4′ ージアミン、2, 2 ーピス (4 ージーロートリルフ ピフェニル、1, 1ーピス(4ージーロートリルアミノ N, N, N', N' -テトラフェニルー4, 4' -ジア アミノ) クオードリフェニル、N, N, Nートリ (pー げにひ) ムンポン、3 - メトキツー4′ - N′ N - ジン 1, 4' - ピス [N- (1-ナフチル) - N-フェニル 内に有するもの、トリフェニルアミンユニットが3つス メトキシフェニル) ー4,4′ ージアミノピフェニル、 トリル) アミン、4ー (ジーロートリルアミノ) ー4′ エニルアミノスチルベン、Nーフェニルカルパゲール、 [N- (3-メチルフェニル) -N-フェニルアミノ] ジメチルアミノー2ーメチルフェニル) フェニルメタ - [4 (ジーpートリルアミノ) スチリル] スチルベ ターパースト型に連結された4, 4', 4"ートリス トリルアミノフェニル)シクロヘキサン、N,N, トリフェニルアミン等が挙げられる。

公知の方法により薄膜化することにより形成することが 真空蒸着法、スピンコート法、キャスト法、しB法等の 【0061】正孔注入層は、上述した化合物を、例えば 上述した材料の1種または2種以上からなる一層構造で あってもよいし、同一組成または異種組成の複数層から できる。正孔注入層としての膜厚は特に制限されない が、通常は5mm~5μmである。この正孔注入層は、 なる複層構造であってもよい。

【0062】 (E) 配子注入層

電子注入材料の電子親和力は、踏極の仕事関数あるいは **注入材料」という。)は、陰極から注入された電子を発** 般には、電子親和力が有機発光材料の電子親和力に比し ラギーレベラの遊が衝磕に大きらいいめは、そいに大き 必要に応じて設けられる電子注入層の材料(以下「電子 光層に伝達する機能を有しているものであればよい。一 て大きく陰極の仕事閲数(陰極が多成分の場合には最小 のもの)に比して小さいものが望ましい。ただし、エネ 有機発光材料の電子親和力と同程度の大きさであること が好ましい。電子注入材料は、有機物および無機物のど な電子注入障壁が存在することになり、好ましくない。 ちらでもよい。

形成したものである場合には少なくとも有機物層を構成

図るうえで有利である。その際、目的とする有機EL索 子が基板上に陽極,有機物層および陰極をこの順で順次

> ン誘導体、チオピランジオキシド誘導体、ナフタレンベ 【0063】具体例としては、ニトロ重換フルオレノン 誘導体、アントラキノジメタン誘導体、ジフェニルキノ リレン毎の複素環テトタカルボン酸無水物、カルボジイ ド、レレオレニリデンメタン誘導体、アントロン誘導

連の電子伝達性化合物、オキサジアゾール環の酸素原子 がイオウ原子に置換したチアゾール誘導体、電子吸引法 ン誘導体、8 -キノリノール誘導体の金属錯体(例えば 体、オキサジアゾール誘導体、特開昭59-19439 3号公報において発光層の材料として開示されている一 として知られているキノキサリン環を有したキノキサリ ル) アルミニウムおよびピス (8ーキノリノール) 亜鉛 n, Ca, Sn, GaまたはPbに置き代わった金属鉛 体勢)、メタルフリーもしくはメタルフタロシアニンま たはこれらの末端がアルキル基,スルホン基等で置換さ リルプサジン影導体、n型-Siやn数-SiC棒の無 ム、トリス(5,7~ジプロモー8~キノリノール)ア れているもの、有機発光材料として示した前述のジスチ ルミニウム、トリス(2-メチル-8-キノリノール) 替や、これらの金属錯体の中心金属がIn,Mg,C (5, 7ージクロロー8ーキノリノール) アルミニウ アルミニウム、トリス(5ーメチルー8ーキノリノー トリス (8ーキノリノール) アルミニウム、トリス 機半導体等が挙げられる。

真空蒸着法、スピンコート法、キャスト法、LB法等の 公知の方法により薄膜化することにより形成することが あってもよいし、同一組成または異種組成の複数層から 上述した材料の1種または2種以上からなる一層構造で 【0065】以上説明したように、本発明の有機EL素 子では、路極以外の各層については基板も含めて種々の 物質を利用することができ、その層構成、特に本発明で は、前述したように種々の方法によって形成することが ば、この真空蒸着法だけによって有機EL素子を形成す ることができるので、設備の簡略化や生産時間の短縮を が、通常は5nm~5μmである。この電子注入層は、 できる。電子注入層としての腹厚は特に制限されない いう有機物層の層構成も種々の構成とすることができ る。また、陽極、有機物層を構成する各層および陰極 できるが、各層の形成にあたって真空蒸着法を用いれ なる複層構造であってもよい。

む。)の形成から踏極の形成までを、また、目的とする 有機EL素子が基板上に陰極,有機物層および陽極をこ の順で順次形成したものである場合には陰極の形成から ある暦A(路極を構成する合金領域または上部金属領域 である場合を含む。)の形成後から次の帰B(陰極を構 ひ。)を形成するまでの間に前記の層Aが空気に触れな 【0066】また、本発明の有機EL葉子は、従来の有 路極の形成までを、それぞれ連続的に行う、すなわち、 する各層(当散有機物層が単層構造である場合を含 成する合金領域または上部金属領域である場合を含 いようにして行うことが好ましい。

するための封止層を有していてもよい。封止層の材料の 合体、吸水率1%以上の吸水性物質および吸水率0.1 1 種のコモノマーとを含むモノマー混合物を共重合させ て得られる共宜合体、共宜合主鎖に環状構造を有する含 Ag, Al, Ti, Ni 40 金属、MgO, SiO, S 機EL素子と同様に、素子への水分や酸素の優入を防止 具体倒としては、テトラフルオロエチレンと少なくとも レッ繋共気合体、ポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ メチルメタクリレート、ポリイミド、ポリユリア、ポリ テトラフルオロエチレン、ポリクロロトリフルオロエチ レン、ポリジクロロジフルオロエチレン、クロロトリフ ルオロエチレンとジクロロジフルオロエチレンとの共産 %以下の防湿性物質、In, Sn, Pb, Au, Cu, i O2, A12 O3, GeO, NiO, CaO, Ba O, Fe2 O3, Y2 O3, TiO2苺の金属酸化物、

勧、パーコルオロアルカン。パーコルオロアミン。パー

【0064】電子注入層は、上述した化合物を、例えば

MgF2, LiF, AlF3, CaF2 簪の金属フッ化

液状フッ葉化炭素に水分や酸素を吸着する吸着剤を分散 フルオロポリエーテル苧の液状フッ葉化炭素および当散 【0067】封止層の形成にあたっては真空蒸着法、ス ピンコート法、スパッタリング法、キャスト法、MBE (分子銀エピタキシー) 法、クラスターイオンピーム蒸 着法、イオンプレーティング法、プラズを重合法(高周 彼励起イオングレーティング法)、 反応性スパッタリン が符、プラズマCVD紙、ワーギーCVD紙、軽CVD る。對止層の材料として液状フッ素化放素や当該液状フ ッ紫化炭紫に水分や酸紫を吸着する吸着剤を分散させた ものを用いる場合には、基板上に形成されている有機区 と共同して有機EL素子を覆うハウジング材を設け、前 配の基板と前配のハウジング材とによって形成された登 間に前記の液状フッ素化炭素や当散液状フッ素化炭素に ることによって封止層を形成することが好ましい。前記 のハウジング材としては、吸水率の小さいガラスまたは ポリマー(例えば玉フッ化塩化エチレン)からなるもの 当数有機氏し紫子との間に空隙を形成しつり前配の基板 水分や酸素を吸着する吸着剤を分散させたものを充填す は、上述した封止層を設けずに当該ハウジング材のみを 散けてもよいし、ハウジング材を殴けた後に、当散ハウ ジング材と前配の基板とによって形成された空間に酸素 や水を吸着する吸着材の層を散けるか当散吸着材からな し茶子(既に別の對止層があってもよい。)の外側に、 法、ガスソース C V D 法等を適宜適用することができ が好適に用いられる。ハウジング材を使用する場合に させたもの等が挙げられる。 る粒子を分散させてもよい。

[奥施例] 以下、本発明の実施例について説明する。

(1) 有機EL葉子の作製

25×75×1. 1mmのサイズのガラス基板上に厚さ

ているもの(以下「陽極付き基板」という。)を用意し 100mmの1T0遠明電極(陽極に相当)が形成され い、かつ、当眩真空蒸着安置の基板支持部付近に水や酸 後、乾燥盘繋ガスを吹き付けて、1T0透明電極の装面 から有機溶媒を除去した。その後、UVオゾン洗浄を行 オポンプを主排気ポンプとして備えている市販の真空蒸 替故匱 (日本真空技術 (株) 製の高真空燕着接置)を用 紫苧の段留ガスが基板に付着しないようにトラップ機構 を散けて、洗浄済みの上記陽極付き基板の上(IT0遷 明電極が設けられている側の面上〉に以下の条件で正孔 **住入層、発光層、電子注入層および除極をこの順で順次 積層して、有機EL素子を得た。このとき、正孔注入層** 回の真空引きで有機区し紫子を作製した。また、有機材 料は全て精製済みのものを用い、蒸着開始時に脱ガスが 【0069】水に対して有効な排気速度を有するクライ の形成から陰極の形成まで途中真空を破ることなく、1 た。この陽極付き基板を有機溶媒中で超音波洗浄した **ゥて、ITO透明配極の装面から有機物を除去した。** なく不純物の発生もないようにした。

下「MTDATA」と略記する。)を用い、このMTD 【0070】まず、第1の正孔注入層用の正孔注入材料 ニル) ーN-フェニルアミノ] トリフェニルアミン (以 **殴0. 1∼0. 3nm/sの条件や模盤させた、殿厚6** 0 nmの第1の正孔注入層を形成した。このとき、上記 P D を前記第1の正孔注入層形成時と同様の条件で蒸着 ピフェニル(以下「DPVBi」と略配する。)とを用 として4, 4′, 4″ートリス [Nー (3ーメチルフェ ATAを蒸磨時真空度1.0×10-eTorr以下、蒸츔連 你2の正孔注入層用の正孔注入材料として4,4′ービ ス [Nー (1ーナフチル) ーNーフェニルアミノ] ピコ ェニル(以下「NPD」と略記する。)を用い、このN い、DTAVBiがDPVBiに対して2. 5wt%とな るようにこれらを二元同時蒸磨して、腹厚40mmの発 光層を形成した。このときの蒸溜時真空度、基板温度お よびD P V B i の茶着速度は、上述した第1の正孔注入 の陽極付き基板は特に加熱も冷却もしなかった。次に、 **【0011】次いで、有極路光材料として4,4′ーピ** A [2 - [4 - (N, N - 9 - p - h y h) 7 + z h]させて、 駁厚20 nmの第2の正孔注入層を形成した。 る。) と4, 4' ーピス (2, 2ージフェニルビニル) ピニル] ピフェニル (以下「DTAVBi」と略記す 国の形成時と同様にした。

る。)を用い、このAIaを上述した笄1の正孔注入層 の形成時と同様の条件で蒸着させた、既厚20mmの配 【0072】次に、虹子注入材料としてトリス(8-キ ノリノール)アルミニウム(以下「A!a」と略配す 子往入層を形成した。

0at%の合金母材を合金領域形成用の蒸増材料として用 [0073] 次いで、AIとLiとからなるLi濃度1 い、蒸糖時真空度1. 0×10-6Torr、蒸稽速度0. 5

の雰囲気を四重極質量分析計で観察すると、水紫ガスの 厚さ20mmの合金領域を形成した。このとき、合金領 域の形成に先立ち、上記の合金母材を当散合金母材の蒸 発が起こらないように水晶振動子式膜厚計で監視しなが ら徐々に加熱して脱ガスを行った。脱ガス時の真空櫓内 成長の他に、蒸発源付近が熱放射によって加熱されたこ 後、木晶振動子式隙厚計で蒸発源からの合金のとびが観 **욝されるまで更に蒸発源を加熱し、蒸発源シャッターを** 別にした状態で空とばしを行いながら蒸着速度を徐々に 上記の速度に近づけ、当散蒸着速度が目的とする速度で 安定するように蒸発源へのパワー投入の制御を行って蒸 着速度が安定したことを木晶振動子式膜厚計で確認した 形成は、CO2 ガス等の脱ガスが収まったのを確認した とによるCO2棒のガスの成長が見られた。合金領域の ~1. 0 nm/sの条件で当散蒸着材料を蒸着させて 後に行った。

木ガスの分圧強度が減少して木繋ガスが第一ピークとな っていることが確認された。合金領域の形成後、蒸発源 【0074】合金領域形成時の真空相内の雰囲気を四重 **医質量分析計で観察したところ、酸素ガスは水ガスの3** 用シャッターを寮早く閉とし、合金母材への通覧を切っ て、基板(合金領域まで形成した上記の陽極付き基板) %程度の分圧強度(2.0×10-9Torr程度)であり、 を蒸落源から隔離した。

いての説ガスを行ってから蒸着時真空度1. 0×10-6 Forr、蒸着速度1. 0 nm/s程度の条件で当該蒸着材 【0075】 合金母材の温度が十分に下がった後、上部 金属領域用の蒸着材料としてA1を用い、当散A1につ 料(A I)を蒸着させて、厚さ200nmの上部金属領 域を形成した。 【0076】上述した合金領域および上部金属領域を形 成され、この陰極を形成したことにより、陽極(1 TO 透明電極)、正孔注入層(MTDATA層およびNPD 層、発光層および電子注入層が本発明でいう「有機発光 からなる合金領域およびAlからなる上部金属領域)が 前記のガラス基板上に鬩次積層されている有機EL素子 材料を含有する発光層を備えた多層構造の有機物層」に 成することにより、これら2つの領域からなる路極が形 骨)、電子注入層(Alg磨)および路極(Al-Li が得られた。この有機臣し素子においては、正孔注入 ■)、発光層(DTAVBiとDPVBiとからなる 相当する。

[0077] (2) 有機EL素子の発光試験

Vの直流電圧を印加したところ1,23mA/cm2の 00)で観測する限りでは発光面内に無発光点は認めら 上記(1)で得られた有機EL葉子の陽極ー路極間に6 電流が流れ、輝度128cd/m2の青色発光が得られ れず、発光の均一性に優れていた。上記の有機EL素子 た。また、目視および輝度計 (ミノルタ社製のCS-1 た。このときの配力変換効率は5.45lm/Wであっ

の輝度が半減するまでには2600時間という長時間を 要した。この間、発光色度は変化せず、無発光点の発生 を、初期輝度300cd/m2 の条件で乾燥窒素ガス雰 田気中において連続的に直流定尾流駆動したところ、そ も認められなかった。

m/sのスパッタレートでスパッタしてゆき、婚極装面 MSによる測定を行い、以降、上部金属領域については て、その組成を次のようにして分析した。すなわち、職 15 n m毎に、また合金領域については5 n m毎にスパ 射することから、測定の度毎に 5 n m程度、財料表面が 上記(1)と同様にして更にもう1個の有機EL珠子を 極側から陽極側に向けてAr+イオンによって1.5 n 組成分析を行った。SIMSでは試料表面にイオンを照 削られる。スパッタおよび組成分析は、AESによって を10nmスパッタしてから1回目のAESおよびSI ッタを中止し、そのつどAESおよびSIMSによって 作製し、この有機EL素子を構成している階極につい **炭素の信号が観察される深さを目途に繰り返した。** 【0078】 (3) 踏極の組成分析

【0079】なお、9回目のSIMS遡定では当初の略 およそ210~215mmの領域が測定され、13回目 極表面から深さおおよそ170~175nmの領域が调 定され、11回目のSIMS湖定では当初の陰極表面か 1.2回目のSIMS測定では当初の路極装面から深さお のSIMS測定では当初の路極表面から深さおおよそ2 ら深さおおよそ200~205nmの領域が測定され、 20~225nmの領域が測定された。

の領域における酸素の存在濃度は検出限界未満、すなわ 【0080】その結果、上部金属領域および合金領域の ち1at%未満であった。また、合金領域においてはA E いずれにおいてもAESでは酸紫は検出されず、これら %)未満であった。SIMSによる路極中のLi濃度に SではAIのみ検出され、Li濃度は検出限界(1at ついての測定結果を表1に示す。

Li 濃 庞 (at%)	検出限界以下	0.23	0.53	0.12
陰極表面からの深さ (おおよその値; nm)	0~175	200~208	210~215	220~225

[0082] いいた、散1中の深や200~205nm る。したがって、合金領域にはほぼり、 5at%のLiが あると考えられ、深さ220~225mmのデータは合 金領域と電子注入層との界面のデータであると考えられ のデータは上部金属領域と合金領域との界面のデータで **字在している。**

[0083] 英施例2

2

(1) 有機EL素子の作製

度および四重極質量分析計でみた当散形成時の真空権内 し紫子を作製した。合金領域形成時における蒸着時真空 の雰囲気中の酸素ガスおよび水ガスの分圧強度は、それ 1. 3mmとし、かつ、当散合金領域の厚さを50mm にした以外は実施例1(1)と金く同様にして、有機臣 **合金領域を形成するにあだって、蒸着滋度を 1. 2~** ぞれ英施例1(1)におけるのと同様であった。 [0084] (2) 有機EL葉子の発光試験

上記(1)で得られた有機EL素子の陽極ー踏極間に6 Vの直流電圧を印加したところり、84mA/cm2の た。また、目視および輝度計で観測する限りでは発光面 内に無発光点は認められず、奥施例1(1)で作製した 有機ELと同様に発光の均一性に優れていた。上記の有 機EL茶子を英施例1(2)と同条件で連続駆動したと ころ、その輝度が半減するまでには2000時間という 長時間を要した。この間、発光色度は変化せず、無発光 電流が流れ、輝度68cd/m2の青色発光が得られ た。このときの魅力変換効率は4.21m/Wであっ 点の発生も認められなかった。

その結果、上部金属領域および合金領域のいずれにおい る合金領域中のLi濃度についての測定結果を投2に示 上記(1)と同様にして更にもう1個の有機EL素子を てもAESでは酸素は検出されなかった。SIMSによ て、その組成を実施例1.(3)と同様にして分析した。 作製し、この有機EL素子を構成している階極につい 【0085】 (3) 路極の組成分析

[9800] [表2] 聚2

		•				
Li 過度 (at%)	0.08	0.53	1.30	2.30	2.48	0.12
路極装面からの距離 (おおよその値; nm)	200~205	210~215	220~225	230~235	240~245	250~255
測定回数 (回目)	11	12	13	14	16	16

石英ガラス基板上に膜厚50mmのAI-Li合金層を 果、Liの濃度は1. 74at%であり、SIMSによる め、上記(1)における合金領域の形成条件と同条件で 形成し、その組成をICP分析により状めた。その档 [0087] 投2に示したように、合金領域にはほぼ 5~2. 5at%のLiが存在している。確認のた。 上記の結果とほぼ一致した。

[0088] 比較例1

て、膜厚200mmの路極を形成した。路極を形成する にあたっては、実施例1 (1) と回様にして蒸篭材料の 脱ガスおよび空とばしを行った。この路極まで形成する **英施例1(1)と金く同様にして配子注入層まで形成し** 4~1.5 nm/sの条件でMgとAgとをMg; A g = 10:1の原子数比で電子注入層上に蒸着させ た後、茶着時真空度 7. 0×10-7Torr、総茶着速度 ことにより、有機EL繋子が得られた。

の直流電圧を印加したところり、80mA/cm2 の電 た、輝度計での観過により(?)、発光面内にはわずか に無発光点が認められた。この有機EL茶子によって輝 は 1 N むあり、 回一種販域 (100 c d / m2 付近) に おける電力変換効率は英施例1および実施例2の各有機 【0089】上記の有機EL素子の陽極一陰極間に6V 哦120cd/m² 程度の発光を得るために要する電圧 脱が流れ、輝度 3.1 c d / m² の背色発光が得られた。 このときの魅力変換効率は2. 1 lm/Wであった。ま B L 株子に兄ぐた1/2以下であった。

【0090】この有機EL素子を與施例1(2)と同条

MgおよびAg以外に、踏極と電子注入層との界面付近 的短時間のうちにその輝度が半減した。この間、発光色 された。また、上記と同様にして更にもう1個の有機E し葉子を作製し、この有機EL葉子を構成している陰極 件で連続駆動したところ、ほぼ1000時間という比較 度は変化しなかったが、無発光点の増加がわずかに観測 について、その組成をAESにより求めた。その結果、 においてMg酸化物起源の酸素が3at%程度検出され

[0091] 比較例2および比較例3

形成するにあたっては、実施例1 (1) と同様にして蒸 合金領域を形成するにあたって、蒸着材料として下配表 3に示すLi濃度のA1-Li合金母材を用い、蒸粕速 度を表3に示す速度とし、かつ、合金領域の厚さを装3 に示す厚さとした以外は実施例1 (1)と金く同様にし て、比較例毎に有機EL素子を得た。なお、合金領域を 着材料の脱ガスおよび空とばしを行った。

[0092]

,	合金母材におけるLi濃度 業、投、選、度 合金領域の厚さ (11%) (nm/8) (nm/8)	素 增 進 度 (nm/8)	合金領域の厚さ (nm)
比較別2	1.5	0.5~1.5	20
比較例3	0, 1	0.2~1.0	20

印加したときの輝度および配力変換効率、ならびにこれ 【0093】上記の各有機EL禁子に6Vの直流電圧を らの右機EL素子を実施例1(2)と同条件で連続駆動 したときに輝度が半減するのに要した時間(蝦度半減時 問)を下配投4に示す。さらに、奥施例1(3)と同様

質度半減時間 電力変換效率 **§**

【0095】 安4に示したように、比較例2および比較 **列3の各有機EL繋子は、合金領域におけるLiの濃度** が本発明おける限定範囲外のものであり、これらの有機 て酸素は検出されなかった。また、発光の均一性に関し BL素子の電力変換効率は実施例1および実施例2の各 素子についても、踏極においてはAESによる組成分析 有機EL素子より低く、また、輝度半減時間も実施例1 た。なお、比較例2および比較例3のいずれの有機EL および実施倒2の各有機EL素子より短いものであっ ては、これらの有機ELは良好なものであった。

生排気系が油拡散ポンプであり、基板保持部付近にトラ 合金領域形成時の蒸着時真空度を5×10-eTorr、蒸着 ップ機構を有していない高真空蒸着設置を用い、かつ、

[0096] 比較例4

にしてSIMSによって求めた合金領域におけるLi濃 度を表4に併配する。

[0094]

0.05 1200 800 3, 71 3, 25 43 24 比較例3 九家座2

(1) と金く同様にして有機BL案子を得た。なお、合 金領域形成時の真空槽内の雰囲気を四重極質量分析計で 観察したところ、水紫ガスの分圧強度よりも水ガスの分 圧強度の方が高く、当散木ガスの分圧強度が第一ピーク **速度を1.5~3.0nm/sにした以外は実施例1** であった。そして、この水ガスの分圧強度は実施例1

(1) における合金領域形成時の5倍であった。

【0097】上記の有機EL繋子に6Vの直流配圧を印 きの電力変換効率は4.59m/Wであった。また、こ の有機EL素子を実施例1(2)と同条件で連続駆動し 濃度を求めたところ、4. 241%であった。ただし、合 加したときの輝度は15.8 c d / m² であり、このと に、実施例1 (3) と同様にして合金領域におけるし; たところ、1.000時間でその輝度が半減した。さら

AESによって1~2at%の酸素が検出されたので、合 金領域における前記のLi濃度は当骸界面およびその近 **第における値を除外したものである。前配の酸素は、炭** 素のシグナルが同時に検出されなかったことから、有機 金領域と電子注入層との界面およびその近傍においては

【0098】上述のように、この有機EL素子の魅力変 喚効率は実施例1および実施例2の各有機EL葉子と同 に1000時間と短い。また、当散有機EL寮子には初 の存在は、合金領域と電子注入層との界面およびその近 のと推察される。そして、無発光点の数は紫子の連続駆 **尊ないしそれ以上であるが、輝度半減時間は上記のよう** 期の段階で既に無発光点が存在した。これらの無発光点 傍に1~2at%の酸素が存在していることに起因するも 動によって増加し、個々の無発光点は紫子の連続駆動に よって拡大した。

合金領域形成時の蒸훰時真空度を1×10-5Torr、蒸着 比較例4で用いたと同じ高真空蒸着装置を用い、かつ、 **速度を2.0~3.0nm/sにした以外は実施例1** [0099] 比較例5

【0 1 0 0】上記の有機Eし発子に6Vの直流配圧を印 (1) と全く同様にして有機EL繋子を得た。なお、合 **観察したところ、酸素ガスの分圧強度は水ガスの分圧強** 金領域形成時の真空橋内の雰囲気を四重極質量分析計で 配力変換効率は4.631m/Wであった。また、この有 機EL案子を奥施例1(2)と同条件で連続駆動したと ころ、1000時間でその輝度が半減した。さらに、英 施例1 (3) と同様にして合金領域におけるL;濃度を 求めたところ、1. 2at%であった。ただし、合金領域 と電子注入層との界面およびその近傍においてはAES によって3at%の酸素が検出されたので、合金領域にお ける前配のL;濃度は当散界面およびその近傍における 値を除外したものである。前記の酸素は、炭素のシグナ ルが同時に検出されなかったことから、有機物起源では 加したときの輝度は20cd/m²であり、このときの 度のほぼ10% (7.0×10-Torr程度) であった。

【0101】上述のように、この有機Eし繋子の電力変 換効率は実施例1および実施例2の各有機区1葉子と同 **等ないしそれ以上であるが、輝度半減時間は上記のよう** に1000時間と短い。また、当該有機EL素子には初 期の段階で既に無発光点が存在した。これらの無発光点 の存在は、合金領域と電子注入層との界面およびその近 傍に3at%の酸素が存在していることに起因するものと 推察される。そして、無発光点の数は寮子の連続駆動に よって増加し、個々の無発光点は茶子の連続駆動によっ

[0102] 実施例3

(1) 有機EL素子の作製

友施例1(1)と全く同様にして電子注入層まで形成し

sの条件で厚さ50 nmの合金領域を形成した。当散合 にして各茶着材料の脱ガスおよび空とばしを行った。そ さ200nmの上部金属領域を形成して、有機EL繋子 た後、蒸着材料としてA1とLiとを用いた二元同時蒸 鑽法により蒸着時真空度5.0×10-Torr, Alの蒸 金領域を形成するにあたっては、奥施例1(1)と同様 の後、実施例1(1)と金く同様にしてAIからなる厚 確限度5.0 nm/s、Liの蒸構速度0.01nm✓ を得た。

特閣平9-232079

3

Vの直流電圧を印加したところ1.63mA/cm²の いう長時間を要した。この間、発光色度は変化せず、無 上記(1)で待られた有機区し紫子の陽極一階極間に6 電流が流れ、輝度167cd/m2の背色発光が得られ た。また、目視および輝度計で観測する限りでは発光面 内に無発光点は認められず、実施例1 (1) で作製した 有機ELと同様に発光の均一性に優れていた。上記の有 機EL栞子を英施飼1(2)と同条件で連続駆動したと ころ、その輝度が半減するまでにはほぼ2500時間と た。このときの電力変換効率は5.361m/Wであっ 【0103】 (2) 有機EL素子の発光試験 発光点の発生も配められなかった。

その結果、路極においては実施例1 (3) と同様にA E 上記(1)と同様にして更にもう1個の有機EL素子を Sでは酸素は検出されなかった。また、SIMSによっ て、その組成を実描例1(3)と同様にして分析した。 作製し、この有機EL素子を構成している路極につい で測定した合金領域中のLi濃度は0.8at%であっ 【0104】 (3) 陰極の組成分析

[0105] 英施例4

(1) 有機区し業子の作製

の、上部金属領域形成時の蒸着時真空度を1.2×10 eTorr、蒸着速度を2.0 nm/sとした以外は実施例 上部金属領域形成用の蒸着材料としてPbを用い、か 1 (1),と全く同様にして、有機EL素子を得た。

【0106】 (2) 有機EL素子の発光試験

上記(1)で得られた有機EL素子の陽極一階極間に6 Vの直流電圧を印加したところ1.52mA/cm2の 観流が流れ、輝度153cd/m2 の青色発光が得られ た。また、目視および輝度計で観測する限りでは発光面 内に無発光点は認められず、英雄例1 (1) で作製した 有機ELと同様に発光の均一性に優れていた。上配の有 機EL葉子を英施例1 (2) と同条件で連穂駆動したと ハラ長時間を要した。この間、発光色度は変化せず、無 ころ、その輝度が半減するまでにはほぼ2450時間と た。このときの電力変換効率は5.271m/Wであっ 発光点の発生も認められなかった。

[0107] (3) 路極の組成分析

上記(1)と同様にして更にもう1個の有機EL素子を 作製し、この有機BL葉子を構成している路極につい

その結果、陰極においては英施例1 (3) と同様にAE Sでは酸素は検出されなかった。また、SIMSによっ て、その組成を実施例1(3)と回様にして分析した。 で御定した合金領域中のLi濃度はO. 6at%であっ

[0108] 英施例5~英施例7

(1) 右機区し薪子の作製

英語例1(1)と全く同様にして合金領域まで形成した 後、森着材料としてそれぞれ下配表5に示す材料を用い た以外は英施例1 (1) と同じ条件で厚さ200nmの

上部金属領域を形成して、奥施例毎に有機EL素子を得

【0109】 (2) 有機EL繋子の発光試験

上記の有機EL索子のそれぞれについて、陽極一路極間 に6Vの直流電圧を印加したときの輝度および電力変換 効率、ならびに実施例1 (2) と同条件で連続駆動した ときにその輝度が半減するのに要した時間(輝度半減時 間)を下配表5に示す。

[0110]

(表5)

_	上都金属領域	有 機	EL	外
	形成時の無難	類度	電力要換効率	黄原牛猪
	材料	(od/m,)	(<u>}</u> €	(文世)
MANGEN 5	84	120	5, 15	2400
数衡例6	uZ	115	5, 10	2500
攻略例7	us	100	4, 93	2300

[0111] 投5に示したように、実施例5、実施例6 の電力変換効率は5. 151m/W、5. 101m/Wまた および実施例1のいずれの有機EL葉子においても、そ 及められず、英插倒1(1)で作製した有機ELと同様 に発光の均一性に優れていた。なお、実施例5、実施例 は4. 931m/Wと高い。また、これらの有機EL衆子 の輝度半減時間は2400時間、2500時間または2 目視および輝度計で観測する限り発光面内に無発光点は 単純配動の間に発光色度は変化せず、無発光点の発生も 3 0 0時間と長い。さらに、これらの有機EL架子は、 6 および奥施例1のいずれの有機EL葉子においても、 因められなかった。

[0112] (3) 路極の組成分析

上記(1)と同様にして史施例毎に更にもう1個の有機 EL案子を作製し、これらの有機EL案子を構成してい てそれぞれ分析した。その結果、いずれの有機EL茶子 Sでは酸素は検出されなかった。また、SIMSによっ についても踏極においては実施例1 (3) と同様にA E て捌定した合金領域中のLi濃度は、奥楠例5の有機E L繋子においては0. 6at%、奥施例6および奥施例1 る階極について、その組成を英施例1 (3) と同様にし の各有機EL素子においてはそれぞれり、 5at%であっ

[0113] 実施例8~実施例9

す材料を用い、かつ、蒸着速度を1.5 nm/sとした た以外は実施例1(1)と全く同様にして合金領域を形 成した。この後、蒸着材料としてそれぞれ下配表らに示 以外は実施例1(1)と全く同様にして上部金属領域を を用い、かつ、蒸着速度を1.2~1.3 nm/sとし た後、蒸着材料としてそれぞれ下配表6に示す合金母材 実施例 1 (1)と全く同様にして電子注入層まで形成 | 形成して、奥施例毎に有機EL寮子を得た。 [0114]

第6

	合金額城形	時の合金母材	上都金属領域
-	和成	Li 纖度	あ母母の株益
数指宽8	Sn-L1	o. B	Sn
英施例9	IT-9d	1	₽Þ

上記の有機EL紫子のそれぞれについて、陽極一路極関 に6Vの直流電圧を印加したときの輝度および電力変換 効率、ならびに実施例1(2)と同じ条件で連続駆動し 【0115】 (2) 有機EL繋子の発光試験

たときにその輝度が半減するのに要した時間(輝度半減 時間)を下配表7に示す。

[0116] [班7]

(1) 有機EL素子の作製

	類 類	本版数率(CIII)	(東井) (東京)
英語便8	8.5	4.56	240
被指型9	56	3.85	220

例9のいずれの有機EL案子においても、その配力変換。 [0117] 投1に示したように、実施例8および実施

た、これらの有機EL繋子の輝度半減時間は2400時 間または2200時間と長い。さらに、これらの有機臣 無発光点は認められず、実施例1 (1) で作製した有機 連続駆動の間に発光色度は変化せず、無発光点の発生も 効率は4. 5 6 lm/Wまたは3. 8 5 lm/Wと高い。ま し紫子は、目視および輝度計で観測する限り発光面内に BLと同様に発光の均一性に優れていた。なお、実施例 8 および実施例 9 のいずれの有機EL素子においても、 数められなかった。

た後、実施例10ではA1と仕事関数2.9eV以下の

英施例1(1)と金く同様にして電子注入層まで形成し アルカリ土類金属の1つであるCaとからなる合金甲材 (C aの濃度= 5at%) を、実施例11ではA1と仕事 関数2.9eV以下のアルカリ土類金属の1つであるS r とからなる合金母材(Srの濃度=5at%)を蒸着材

(1) 有機EL素子の作製

時間平9一232079

9

上記(1)と同様にして実施例毎に更にもう1個の有機 EL寮子を作製し、これらの有機EL葉子を構成してい てそれぞれ分析した。その結果、いずれの有機EL茶子 Sでは酸素は検出されなかった。また、SIMSによっ る路極について、その組成を実施例1 (3) と同様にし についても陰極においては英雄例1(3)と同様にAE て側定した合金領域中のLi濃度は、奥施例8の有機E L繋子においては2. 5at%であり、実施例9の有機E L紫子においては1.3at%であった。 【0118】 (3) 降極の組成分析

同様にして上部金属領域を形成して、実施例毎に有機B

料としてそれぞれ用い、かつ、蒸着速度を1.2~1. 3nm/sとした以外は実施例1(1)と金く同様にし て合金領域を形成した。この後、実施例1(1)と金く 上記の有機EL素子のそれぞれについて、陽極ー隆極間 に 6 V の直流電圧を印加したときの輝度および電力変換

【0120】 (2) 有機EL葉子の発光試験

し紫子を得た。

たときにその輝度が半減するのに娶した時間(輝度半減

時間)を下配装8に示す。

[0121]

効率、ならびに実施倒1(2)と同じ条件で連続駆動し

[0119] 英施例10~実施例11

	(od/m³)		(市間)
西海	80	4.83	2300
西部	8.7	4.85	2500

てそれぞれ分析した。その結果、いずれの有機EL素子 についても階種においては実施例1 (3) と同様にAE Sでは酸素は検出されなかった。また、奥猫例10の有 機E L 繋子について S 1 M S によって測定した合金領域 中のCa濃度は1.5at%であり、実施例11の有機E L紫子についてSIMSによって測定した合金領域中の る踏極について、その組成を実施例1 (3) と同様にし Sr濃度は3.2at%であった。 [0122] 表8に示したように、実施例10および英 施例11のいずれの有機EL素子においても、その配力 00時間または2500時間と長い。さらに、これらの 有機EL素子は、目視および輝度計で観測する限り発光 い。また、これらの有機EL茶子の輝度半減時間は23 **画内に無発光点は認められず、東梅倒1 (1) や作製し** た有機ELと同様に発光の均一性に優れていた。なお、

変換効率は4. 931m/Wまたは4. 851m/Wと商

【発明の効果】以上説明したように、本発明によれば電 力変換効率が高く、均一発光性に優れ、かつ、紫子寿命 の長い有機EL素子を容易に提供することが可能にな [0124]

英施例10および英施例11のいずれの有機EL繋子に

おいても、連続駆動の間に発光色度は変化せず、無発光

上記(1)と同様にして実施例毎に更にもう1個の有機 EL繋子を作製し、これらの有機EL紫子を構成してい

【0123】 (3) 路極の組成分析 点の発生も認められなかった。